

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

| | | | |
|---|-----|-------------------------------|--|
| 50756Y/29 JIT INDUSTRIES | DIS | INTT 14.10.75 *FR 2327-965 | D(4-B10). |
| 14.10.75-US-622082 (17.06.77) C02c-03 Dewatering activated sludge from effluent treatment - by acidifying, heating then separating the dehydrated sludge | | | activated sludge is pref. from secondary sulphite treatment of effluents. |
| A process for sepg. water from secondary activated sludge comprises acidifying the sludge to a pH < 4, heating at 70-100°C to rupture the biological cells by hydrolyses and free the water, then sepg. the dehydrated sludge from the water. | | | <u>EXAMPLE</u> Three samples (each 100 ml.) of activated sludge, having a 2.5% solids content and a pH of 8, are treated with conc. H ₂ SO ₄ (0.5 ml.) to give a pH of 2-2.4. The three samples are heated at 90°C for 15 mins. The sludge is then filtered using a Buchner funnel and a 9 cm. filter paper in 5 mn. The solids of the filter cakes ranges from 21.7-24.7%. Cooling to 60°C before filtering gives a slower filtration and lower solids content (18.5%). The chemical oxygen demand of the filtrate is 1190 ppm. (23pp597). |
| <u>USE/ADVANTAGE</u> The process is used for treating activated sludge from treatment of industrial or urban effluents. The sludge contains > 95% water and the process increases the solids content by 5-10 times and the water is easily sepd. and has a low BOD. The solids may be further treated by known processes such as heating to give a prod. suitable for use as a fertiliser or for use as a protein in animal feeds. | | | |
| <u>DETAILS</u> Pref. the pH is 2-3 and the temp. 80-95°C, esp. 90-95°C. Acids are H ₂ SO ₄ , HCl, HNO ₃ , and H ₃ PO ₄ , esp. H ₂ SO ₄ . Sepn. may be by filtration or centrifugation. The sepd. water contains less than 6% solubilised solids. The treated sludge may be further treated by the same process. The | | | |

FR2327965

FR2327965

THIS PAGE BLANK (USPTO)

210/10
510-697
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

2 327 965

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)



A1
**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 76 30562**

(54) **Procédé de traitement de boue activées.**

(51) **Classification internationale (Int. Cl.²) C 02 C 3/00.**

(22) **Date de dépôt 12 octobre 1976, à 13 h 42 mn.**

(33) (32) (31) **Priorité revendiquée : Demande de brevet déposée aux Etats-Unis d'Amérique le 14 octobre 1975, n. 622.082 au nom de Franklin Willard Herrick.**

(41) **Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. - «Listes» n. 19 du 13-5-1977.**

(71) **Déposant : ITT INDUSTRIES INCORPORATED, résidant aux Etats-Unis d'Amérique.**

(72) **Invention de : Franklin Willard Herrick.**

(73) **Titulaire : Idem (71)**

(74) **Mandataire : Pierre L. Grandry.**

La présente invention se rapporte à un procédé de conditionnement de boue activée venant d'un traitement biologique secondaire pour séparer et enlever la masse de solides contenue.

Dans le traitement des eaux usées industrielles ou urbaines, un problème majeur concerne la séparation des solides et de l'eau dans une boue activée. Après qu'on ait laissé les effluents industriels ou d'égouts se décanter pour enlever les "solides primaires", le liquide est traité secondairement pour réduire la DBO (demande biologique en oxygène). Le matériau biologique résultant à faible contenu solide est de la "boue activée secondaire". Les micro-organismes ou bactéries présents dans la boue activée secondaire forment des cellules biologiques contenant plus de 95% d'eau. Les membranes de ces cellules biologiques doivent être rompues d'une certaine manière pour séparer les solides de l'ensemble de la biomasse gélatineuse, de manière à déshydrater la boue. Bien que de nombreuses méthodes soient connues pour réaliser cette déshydratation, telles que le compactage, la filtration forcée, le chauffage sous pression ou l'addition de produits chimiques à la boue, aucune ne s'est révélée économiquement pratique.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 1.543.939 décrit un procédé de traitement de boue activée avec de l'anhydride sulfureux, chaud ou froid, pour stériliser et déshydrater la boue. Ce brevet fut accordé de nombreuses années avant le développement de l'enlèvement primaire de solides et, ainsi, la boue activée de ce brevet contient à la fois des solides primaires, tels que des fibres de papier, et la croissance biologique secondaire. Le matériau fibreux de la boue primaire était nécessaire aux buts du brevet pour former une feuille fibreuse utilisée dans la filtration et l'enlèvement de l'eau.

Le brevet canadien n° 938.743 décrit un procédé de digestion de boue activée avec du SO_2 aqueux sous pressions élevées à des températures de 122 à 164°C. Le brevet indique que ces conditions produisent un résidu de boue insoluble, filtré rapidement, et une partie liquide contenant une fraction importante de solides solubilisés. Un but essentiel du procédé de ce brevet canadien est la solubilisation de la plus grande partie possible des solides contenus dans la boue, de préférence de 50 à 70% des solides à l'origine dans la boue, pour une utilisation ultérieure comme source de protéine. Ce procédé, cependant, est relativement coûteux car il requiert un autoclave pour obtenir les pressions et températures utilisées. En outre, il produit une partie liquide avec une DBO élevée, ce qui crée un problème d'utilisation.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3.300.402 décrit un procédé pour oxyder chimiquement la boue activée avec du chlore pour prévenir la putréfaction de la boue pendant le traitement ultérieur dans les usines de traitement d'effluents. Il est établi qu'un traitement de chloruration efficace produit un effluent ayant un pH dans la gamme de 2,5 à 6,5, l'oxydation étant effectuée

sulfite sont normalement d'une telle grandeur que les coûts des acides utilisés pour la réduction du pH de 8 à moins de 4 sont critiques. Pour cette raison, il est nécessaire d'utiliser un acide minéral fort, un acide préféré étant l'acide sulfurique qui est à la fois économique et très efficace. Cependant, d'autres acides peuvent être utilisés tels que l'acide nitrique, phosphorique et chlorhydrique. Un pH préféré de la boue activée avant chauffage se situe entre 2 et 3. Dans cette gamme, la déshydratation a lieu rapidement en chauffant sans solubiliser de grandes quantités de solides. On a découvert qu'à des pH supérieurs à 4, une coagulation insuffisante se produit, tandis qu'à des pH inférieurs à 2, la proportion de solides organiques dissous augmente et ainsi également le niveau de DBO de l'eau effluente. En outre, des pH inférieurs à 2 exigent davantage d'acide, et vont à l'encontre des économies réalisées avec le procédé.

Après acidification, la boue activée est chauffée rapidement à une température de 70 à 110°C, de préférence 80 à 95°C, et même préférablement de 90 à 95°C. La déshydratation de la boue activée se produit très rapidement, en moins de 60 mn, et en quelques secondes dans les conditions optima de pH et de température. Pendant ce temps, de 70 à 90% du volume de fluide à l'intérieur de la biomasse originale est libéré. Le degré maximum de déshydratation, mesuré par la filtrabilité, est obtenu après une très courte période de digestion et au-delà de cette période, on dissout une plus grande proportion de solides organiques sans améliorer la filtrabilité. La durée spécifique varie avec le pH, la température, le type et la teneur en solides de la boue. La digestion doit être arrêtée avant que 2 à 3%, ou 6% au plus, des solides organiques soient solubilisés. Ceci se produit normalement en moins de 30 mn et souvent beaucoup moins, par exemple une minute ou moins. Le pourcentage de solides organiques solubilisés utilisé ici indique l'augmentation de solides solubles qui est due au traitement acide-chaaleur. Il exclut les solides organiques solubles présents dans la boue d'origine et les solides minéraux solubles dus à l'acide.

La boue déshydratée flotte fréquemment à la surface lors du chauffage et peut être séparée par différence de gravité entre la boue épaissie et l'eau. La flottation ou la séparation à l'air (utilisation de bulles d'air pour aider la flottation) de la boue traitée est mieux obtenue avec peu ou pas d'agitation. Cette dernière tend à briser les agglomérats et fait que la boue se disperse ou se dépose. Si la flottation ne se produit pas, ou si on agite, on peut séparer par filtrage, tamisage ou d'autres techniques de séparation bien connues. Le tamisage pour séparer la boue conditionnée coagulée ou agglomérée a été trouvé efficace dans tous les cas. On a trouvé que le tamisage à travers un tamis de maille 300 produit un filtrat relativement clair ; le tamisage à travers un

à la température ambiante ou à une température de l'ordre de 43°C. Bien qu'on fournisse ainsi une méthode d'assainissement de la boue, le traitement de chloruration peut aussi former des composés organiques chlorés qui sont potentiellement toxiques et nocifs pour l'environnement ou l'utilisation ultérieure de la boue.

C'est donc un objet de l'invention de prévoir un procédé de conditionnement simple, économique mais efficace pour déshydrater une boue activée secondaire.

Un autre objet de l'invention est de prévoir un procédé qui produit une concentration rapide, de cinq à dix fois, des solides qui sont aisément séparés et convenablement utilisés par des techniques connues. C'est un autre objet de l'invention de prévoir un procédé de conditionnement pour déshydrater des boues activées qui solubilise seulement de faibles proportions de solides et produit un effluent liquide à faible DBO.

Ces objets de l'invention et d'autres sont obtenus en acidifiant, avec un acide minéral fort, de la boue activée secondaire contenant des cellules biologiques remplies d'eau pour réduire le pH en-dessous de 4, en chauffant la boue acidifiée à la pression atmosphérique à une température comprise entre 70 et 100°C pendant un temps suffisant pour rompre par hydrolyse les cellules biologiques en libérant ainsi la masse d'eau des cellules sans solubiliser de proportions importantes des solides et en séparant la boue déshydratée de l'eau.

La boue déshydratée produite selon le présent procédé peut être convenablement traitée par des procédés connus, tels que par calcination ou par transformation en un sous-produit utile tel qu'un fertilisant ou un aliment protéique pour animaux. La partie liquide a une DBO suffisamment faible, de telle sorte qu'elle peut être recyclée sans inconvénient. Le procédé de conditionnement selon l'invention est utile pour le traitement de boue activée secondaire de n'importe quelle origine, y compris les effluents industriels ou urbains. Il est particulièrement adapté à l'utilisation pour de la boue activée produite par le traitement secondaire de l'effluent d'une opération de formation de pâte au sulfite. Le terme "conditionnement" est utilisé ici suivant son sens communément reconnu dans le domaine du traitement des eaux usées pour indiquer une modification de la boue activée qui facilite la déshydratation, le filtrage et la récupération des solides déshydratés.

Pour la mise en pratique de l'invention, le pH de la boue activée, normalement supérieur à 7, est réduit à moins de 4 par l'addition d'un acide minéral fort. La boue activée de traitement secondaire d'une opération de formation de pâte au sulfite a généralement une teneur en solide faible -environ 2 à 5%- et un pH d'environ 8. Les quantités de boue activée qui sont continuellement produites dans un système de traitement secondaire d'usine au

tamis de maille 100 se traduit par le passage d'une quantité moindre de matériau fin dans le filtrat. Des vitesses de filtration meilleures se produisent si le filtrage a lieu pendant que la masse traitée est encore chaude et avant toute neutralisation. L'addition de flocculants est aussi efficace pour une
5 déshydratation plus poussée et l'augmentation des vitesses de filtration de la boue traitée.

Les exemples suivants illustrent la mise en pratique de l'invention. La vitesse de filtration est une fonction de la teneur en solides d'une boue donnée et, donc, lorsque des données comparatives sont fournies, celles-ci
10 comparent des résultats pour des échantillons de boue activée ayant la même teneur en solides.

Exemple 1

Trois échantillons de 100 ml de boue activée, produite par le traitement secondaire d'effluents d'usines au sulfite, ayant une teneur en solides
15 de 2,5% et un pH de 8, ont été traités avec environ 0,5 ml de H_2SO_4 à 98% pour obtenir un pH dans la gamme de 2 à 2,4. Les trois échantillons ont été chauffés à 90°C. Après quinze secondes, les échantillons ont présenté une coagulation de la boue et une déshydratation rapide. On a utilisé une filtration sous vide, à travers un entonnoir de Buchner et un papier filtre n° 42 de 9 cm pendant
20 5 mn pour mesurer la filtrabilité. Le filtrage a donné des gâteaux de boue humide contenant 21,7 à 24,4% de solides. Un échantillon traité a été refroidi à 60°C et filtré. Le filtrage a été relativement plus lent et le gâteau de filtrage humide contenait 18,5% de solides. Une valeur de DCO (demande chimique d'oxygène) de 1190 ppm a été obtenue pour les trois filtrats.

Exemple 2

Un volume de 800 ml de boue (de l'exemple 1) a été traité avec 4 ml de H_2SO_4 concentré et chauffé à 90°C pendant 10 mn. Le filtrage à travers un entonnoir de Buchner plus large et un papier filtre n° 41 de 18,5 cm a demandé
20 mn pour obtenir un gâteau de filtrage à 24% de solides. Le volume de filtrat
30 était de 660 ml en 10 mn (82,5% de déshydratation) et de 710 ml en 20 mn, soit 88,7% de déshydratation de la boue d'origine. Le filtrat légèrement ambré avait un pH de 2,4 et la DCO était de 1770 ppm. Les gâteaux de filtrage étaient de couleur marron clair et avaient l'apparence de gâteaux de ferment *Torula* humides.

Exemple 3

Ces essais ont été opérés sur de la boue activée secondaire urbaine de la cité de Renton, dans l'Etat de Washington. La biomasse déposée obtenue avait une teneur en solides de 1%. Ce produit volumineux, avec beaucoup d'eau, est typique de celui produit en période d'hiver et de printemps, pendant la saison des pluies. Un essai de filtrage standard a été basé sur l'utilisation
40 d'un petit entonnoir de Buchner et d'un flacon de filtrage sous vide.

2327965

Tous les filtrages ont été effectués en utilisant deux couches de papier filtre Whatman n° 1 ayant un diamètre de 11 cm. Le volume de filtrat collecté en quarante secondes juste a été enregistré pour des échantillons correspondants. Chaque essai a été basé sur l'utilisation d'un volume de 250 ml de biomasse à la concentration en solides donnée. Le traitement à l'acide a utilisé de l'acide sulfurique concentré et un mélange complet. Les traitements à chaud ont demandé environ une minute pour atteindre 90°C. Dans les essais 5 à 8, la biomasse était concentrée à 2,4% de solides par centrifugation.

Traitement de conditionnement

| pH | Température en °C | Vitesse de filtration en ml/40s pour une biomasse avec teneur en solides | | | |
|-------------------|-------------------|--|-----|----------|------|
| | | Essai n° | 1% | Essai n° | 2,4% |
| Pas de traitement | | 1 | 47 | 5 | 8 |
| sans | 90 | 2 | 23 | 6 | 2 |
| acide | Pas de chauffage | 3 | 68 | 7 | 8 |
| 2 | 90 | 4 | 188 | 8 | 42 |

La vitesse de filtration avantageuse obtenue par à la fois le traitement à l'acide (pH 2) et le chauffage à 90°C est notée dans les essais n° 4 et 8.

Exemple 4

Ces essais ont été effectués sur une boue activée du traitement secondaire des effluents d'une usine de pâte au sulfite, au moyen d'un système d'aération intensif (air). La biomasse brute déposée variait de semaine en semaine quant à la teneur en solides. La procédure d'essai de l'exemple 3 a été utilisée. Les vitesses de filtration pour la biomasse traitée ont été trouvées variables suivant les microorganismes présents.

Traitement de conditionnement

| pH | Température en °C | Vitesse de filtration en ml/40s pour une biomasse avec teneur en solides | | | |
|-------------------|-------------------|--|------|----------|------|
| | | Essai n° | 1,5% | Essai n° | 2,4% |
| Pas de traitement | | 1 | 46 | 5 | 22 |
| sans | 90 | 2 | 8 | 6 | 5 |
| acide | Pas de chauffage | 3 | 68 | 7 | 32 |
| 2 | 90 | 4 | 190 | 8 | 122 |

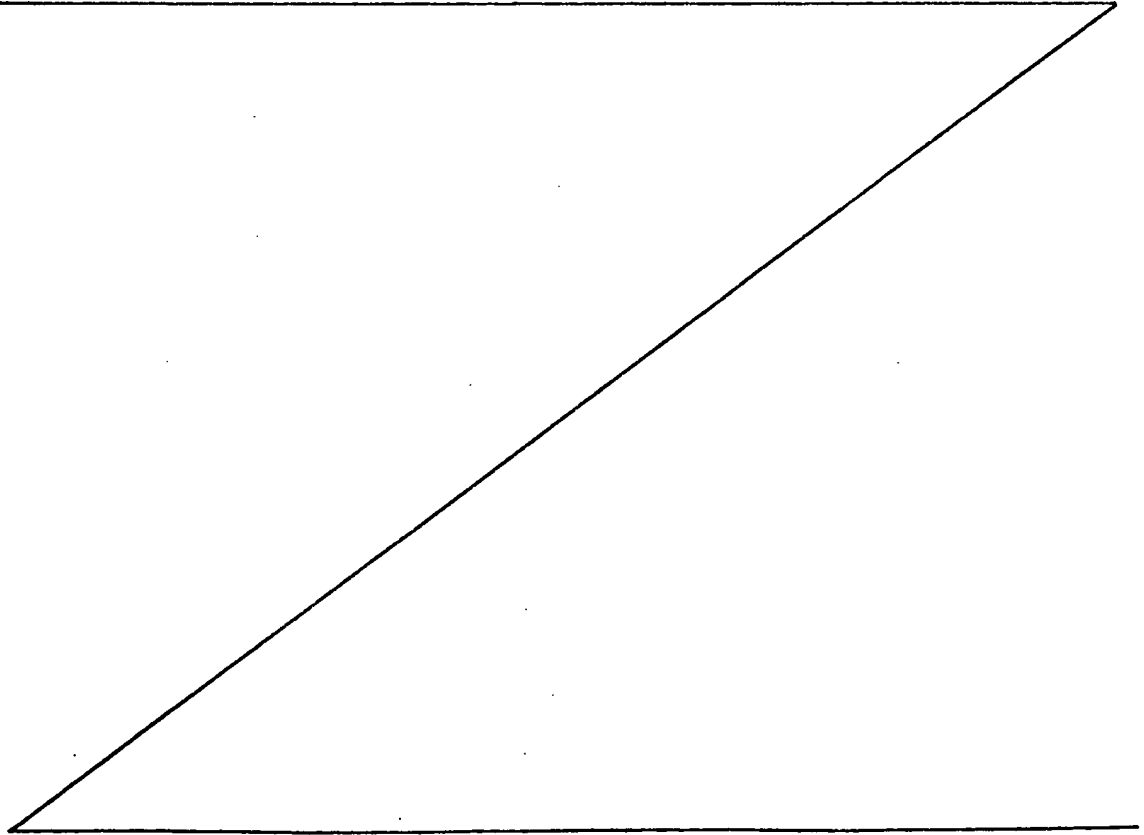
Exemples 5 à 8

Dans ces exemples, on a utilisé la boue de l'exemple 4 avec une variété d'acides minéraux forts. Tous les échantillons ont été acidifiés, chauffés à 90°C et filtrés comme dans l'exemple 3.

Les résultats ont été les suivants :

| Exemple | Acide | pH | Vitesse de filtration ml/40 s |
|---------|---------------|----|----------------------------------|
| 5 | Sulfurique | 2 | 122 |
| 6 | Chlorhydrique | 2 | 122 |
| 7 | Nitrique | 2 | 124 |
| 8 | Phosphorique | 2 | 130 |

Exemple 9

- De la boue activée contenant 4,2% de solides (pH 7,0) a été obtenue à partir du traitement secondaire des effluents d'une usine à
- 5 pâte au sulfite par un système d'oxygénation intensive. Des échantillons de 250 ml chacun ont été acidifiés au pH 2,2 avec 0,4 ml (0,73 g) d'acide sulfurique concentré, chauffés à 90 à 95°C et digérés à cette température pendant des durées variables. La vitesse de filtration de la boue conditionnée a été déterminée comme dans l'exemple 3. Le filtrage a été
- 10 poursuivi jusqu'au bout et le volume de filtrat mesuré. Les filtrats ont été analysés en ce qui concerne la teneur en solides et la DCO. Les gâteaux de filtrage ont été pesés et analysés en ce qui concerne la teneur en solides humides et secs. Un échantillon de contrôle (n° 1) de boue, sans acidification ou chauffage, a été traité de la même manière.
- 

2327965

| Echantillon | Temps de diges- tion 90 à 95°C, mn | Vitesse de filtration ml/40 s | Filtrat | | | | Gâteau de filtrage de boue | |
|-------------|--|-------------------------------------|-----------------|-----------------------|-----------------------|------------|------------------------------------|----------------|
| | | | Volume en ml | Solides solubles % | Solides solubles g | DCO ppm | Solides dans le gâteau humide % | Poids sec en g |
| | | | A | B | C | D | E | F |
| 1 | Contrôle, sans traitement | 2 | 172 | 0,0325 | 0,559 | 2700 | 18,2 | 13,23 |
| 2 | 1 | 41 | 190 | 0,604 | 1,150 | 2180 | 32,0 | 11,84 |
| 3 | 15 | 51 | 172 | 0,863 | 1,484 | 3640 | 32,8 | 11,24 |
| 4 | 30 | 56 | 165 | 1,081 | 1,784 | 5140 | 30,6 | 10,95 |
| 5 | 60 | 46 | 166 | 1,277 | 2,120 | 6260 | 33,5 | 10,94 |

Les données ci-dessus ont été utilisées pour calculer la quantité de solides (matériau organique) dissous par un traitement donné, mais en excluant les solides solubles présents dans le filtrat de l'échantillon de contrôle (non traité) et les solides solubles (minéraux) représentés par l'acide sulfurique utilisé pour le conditionnement. Les solides au total dans ces essais ont été déterminés comme la somme des solides solubles et des solides secs du gâteau de filtrage (colonnes C et F). Dans les données calculées ci-dessous, la colonne G représente la totalité de matériau soluble dans un filtrat, calculée comme pourcentage du contenu total en solides de l'échantillon. Cette valeur inclut le matériau soluble présent dans les filtrats de la boue non traitée (échantillon 1) et l'acide sulfurique utilisé pour conditionner les échantillons 2 à 5. Dans le cas de l'exemple 2, on a trouvé que 50% du matériau soluble dans le filtrat était dû à l'acide sulfurique, ceci représentant 80% de récupération de ce réactif dans le filtrat. Pour la correction pour le contenu en acide sulfurique, la moitié du contenu en solides solubles pour l'échantillon 2 a été soustraite des valeurs de la colonne G pour les échantillons 2 à 5 pour obtenir les solides organiques solubles (corrigés) (colonne H). Puisque les solides organiques solubles pour l'échantillon 1 correspondent à un matériau déjà en solution, si cette valeur est soustraite de toutes les valeurs de la colonne H, le reste représente le matériau organique qui est réellement solubilisé par le traitement de conditionnement (colonne I). Pour l'échantillon 5, le temps de digestion était excessif et ainsi s'est traduit par plus de 6% de boue dissoute.

Une autre méthode pour évaluer le contenu organique est d'analyser la DCO.

Les valeurs dans la colonne J ont été calculées en divisant le poids de DCO déterminé pour chaque filtrat par le poids total de solides de l'échantillon. La quantité relative de DCO représentée par le matériau organique qui est solubilisé par un traitement de conditionnement donné peut alors être obtenue en soustrayant la valeur pour l'échantillon 1 de celles pour les échantillons 2 à 5 (colonne K). Il est évident qu'un traitement de conditionnement à un pH de 2,2 pendant une minute à 90 à 95°C se traduit par une solubilisation minimale de solides, tandis que la déshydratation et la vitesse de filtration sont avantageusement élevées. L'extension du temps de digestion à 90 à 95°C, tout en augmentant la vitesse de filtration dans une certaine proportion, se traduit aussi par une hydrolyse acide progressive de la boue pour produire du matériau organique soluble.

Valeurs calculées basées sur la totalité des solides de l'échantillon

| Echantillon | Solides solubles % | solides organiques solubles % | boue dissoute % | DCO % | boue dissoute DCO % |
|-------------|--------------------|-------------------------------|-----------------|-------|---------------------|
| | G | H | I | J | K |
| 1 | 4,05 | 4,05 | | | |
| 2 | 8,85 | 4,43 | 0,00 | 3,36 | 0,00 |
| 3 | 11,67 | 7,24 | 0,38 | 3,19 | 0,00 |
| 4 | 14,01 | 9,58 | 3,19 | 4,92 | 1,56 |
| 5 | 16,23 | 11,18 | 5,53 | 6,66 | 3,30 |
| | | | 7,13 | 7,96 | 4,60 |

Exemple 10

L'exemple 9 a été répété mais le pH de l'échantillon a été réglé à 3,0 par addition de 0,25 ml (0,46 g) d'acide sulfurique. Pour le calcul de la valeur de solides organiques solubles (colonne H), le poids déterminé de solides solubles (colonne C) a été corrigé en soustrayant 0,37 g, correspondant à l'analyse en acide sulfurique des exemples 2 et 3. Les résultats ci-dessous montrent que, au pH 3,0, la vitesse de filtration pour la boue conditionnée augmente avec la durée de digestion, mais même après une digestion de 60 mn la vitesse de filtration n'est pas aussi élevée que celle obtenue par une minute de digestion au pH 2,2 (exemple 9), tandis que la quantité de boue solubilisée est considérablement plus grande.

| Echantillon | Temps de diges- tion 90 à 95°C, mn | Vitesse de filtration ml/40 s | Filtrat | | | | Gâteau de filtrage de boue | |
|-------------|--|-------------------------------------|-----------------|-----------------------|-----------------------|------------|------------------------------------|----------------|
| | | | Volume en ml | Solides solubles % | Solides solubles g | DCO ppm | Solides dans le gâteau humide % | Poids sec en g |
| | | | A | B | C | D | E | F |
| 1 | Contrôle sans traitement | 2 | 172 | 0,325 | 0,559 | 2700 | 18,2 | 13,23 |
| 2 | 15 | 11 | 143 | 0,889 | 1,271 | 3740 | -- | 10,84 |
| 3 | 60 | 33 | 156 | 0,912 | 1,422 | 4400 | 34,0 | 9,99 |

Valeurs calculées basées sur la totalité des solides de l'échantillon

| Echantillon | Solides solubles % | solides organiques solubles % | boue dissoute % | DCO % | boue dissoute DCO % |
|-------------|-----------------------|-------------------------------------|--------------------|-------|---------------------------|
| | G | H | I | J | K |
| 1 | 4,05 | 4,05 | 0,00 | 3,36 | 0,00 |
| 2 | 10,49 | 7,44 | 3,39 | 4,41 | 1,05 |
| 3 | 12,46 | 9,22 | 5,17 | 6,01 | 2,65 |

Exemple 11

L'exemple 9 a été de nouveau repris en maintenant le temps de digestion à une minute, mais en faisant varier le pH de 2,0 à 3,5. Ces résultats indiquent clairement l'importance du pH pour la filtrabilité. A partir des données de DCO de filtrat pour ces essais, il est évident que seules de petites quantités de boue ont été dissoutes. La valeur de DCO du filtrat de contrôle de l'exemple 9, échantillon 1, colonne J a été soustraite des valeurs de DCO calculées dans ces essais pour obtenir les valeurs de DCO nettes pour la boue dissoute (colonne K).

| Echantillon | H ₂ SO ₄ concentré ajouté, ml | Digestion à 95°C, pH | Vitesse de filtration | Filtrat | | | |
|-------------|---|----------------------------|--------------------------|--------------|-----------------------|-----------------------|------------|
| | | | | Volume ml | Solides solubles % | Solides solubles g | DCO ppm |
| | | | | A | B | C | D |
| 1 | 0,5 | 2,0 | 51 | 198 | 0,708 | 1,462 | 2540 |
| 2 | 0,4 | 2,5 | 37 | 188 | 0,642 | 1,207 | 2260 |
| 3 | 0,25 | 3,0 | 15 | 184 | 0,583 | 1,072 | 2140 |
| 4 | 0,20 | 3,5 | 10 | 143 | 0,689 | 0,985 | 3290 |

| Gâteau de filtrage de boue | | | Valeurs calculées sur la base de la totalité des solides de l'échantillon | | |
|----------------------------|----------------------------|----------------|---|----------|---------------------------|
| Echantillon | Solides gâteau humide % | Poids sec g | Solides solubles % | DCO % | boue dissoute DCO % |
| | E | F | G | J | K |
| 1 | 33,5 | 11,29 | 11,05 | 3,91 | 0,55 |
| 2 | 29,6 | 11,62 | 9,41 | 3,31 | 0,00 |
| 3 | 27,2 | 11,73 | 8,37 | 3,08 | 0,00 |
| 4 | --- | 11,34 | 7,99 | 3,81 | 0,45 |

Exemple 12

La boue activée de l'exemple 9 a été traitée avec de l'anhydride sulfureux (SO_2) à températures et pressions élevées comme décrit dans le brevet canadien 938.743. La quantité d'addition de SO_2 , comme indiqué ci-dessous, était basée sur la totalité des solides (boue) de l'échantillon. Les échantillons de boue ont été aussi traités avec de l'acide sulfurique à un pH de 2,0 sous des conditions comparables. La préparation et les analyses dans ces essais ont été les mêmes que celles de l'exemple 9. Les valeurs de DCO du filtrat correspondant à la boue dissoute par tout traitement ont été calculées comme décrit dans l'exemple 11. Les pressions étaient d'environ $2,4 \text{ kg/cm}^2$ et $4,85 \text{ kg/cm}^2$ à 125°C et 150°C respectivement.

| Traitement de conditionnement | | | | Vitesse de filtration ml/40 s | Filtrat | | | |
|-------------------------------|---------------------------------------|-----|-------------------------------|----------------------------------|-----------|--------------------|--------------------|---------|
| Echantillon | Acide réagissant | pH | Digestion pendant 30 mm °C | | Volume ml | Solides solubles % | Solides solubles g | DCO ppm |
| | | | | | A | B | C | D |
| 1 | 0,57% SO ₂ | 6,6 | 125 | 2 | 156 | 0,577 | 0,900 | 3660 |
| 2 | 2,5% SO ₂ | 5,3 | 125 | 7 | 134 | 0,650 | 0,871 | 4110 |
| 3 | H ₂ SO ₄ 6,4 ml | 2,0 | 125 | 80 | 208 | 1,171 | 2,370 | 6370 |
| 4 | ----- | 7,0 | 125 | 3 | 152 | 0,637 | 1,045 | 4130 |
| 5 | 0,57% SO ₂ | 6,6 | 150 | 8 | 178 | 0,801 | 1,426 | 5202 |
| 6 | 2,5% SO ₂ | 5,2 | 150 | 28 | 164 | 0,950 | 1,588 | 6420 |
| 7 | H ₂ SO ₄ 0,4 ml | 2,0 | 150 | 69 | 214 | 1,472 | 3,150 | 8460 |

| Gâteau de filtrage de boue | | | Valeurs calculées basées sur la totalité des solides de l'échantillon | | |
|----------------------------|--------------------------|-------------|---|-------|---------------------|
| Echantillon | Solides, gâteau humide % | Poids sec g | Solides solubles % | DCO % | Boue dissoute DCO % |
| | E | F | G | J | K |
| 1 | 15,4 | 13,03 | 6,46 | 4,14 | 0,78 |
| 2 | 8,9 | 9,64 | 8,29 | 5,24 | 1,88 |
| 3 | 26,4 | 9,94 | 19,25 | 10,76 | 7,40 |
| 4 | 11,4 | 10,83 | 8,80 | 5,29 | 1,93 |
| 5 | 15,6 | 11,23 | 11,27 | 7,32 | 3,96 |
| 6 | 12,6 | 11,00 | 12,40 | 8,14 | 4,78 |
| 7 | 31,3 | 9,55 | 24,84 | 14,27 | 10,91 |

Les résultats ci-dessus montrent de nouveau clairement que le pH est critique et que des réactions à des températures et pressions plus élevées n'améliorent pas la vitesse de filtration autant que le conditionnement à des pH plus bas. Ces résultats montrent aussi que des pH bas combinés avec une digestion de 30 mn à 125 à 150°C se traduisent par une hydrolyse excessive et indésirable de la boue pour produire du matériau organique soluble comme cela est déterminé par l'analyse de DCO, contrairement à une très faible dissolution de boue quand le conditionnement est effectué à un pH de 2 pendant une minute à 90 à 95°C (exemple 9).

Dans tous les essais décrits dans les exemples 9 à 12, le conditionnement de la boue à un pH de 2 et un chauffage à 90°C ou plus, non seulement se traduisait par des vitesses de filtration rapides, mais les gâteaux de boue obtenus par filtration sous vide contenaient généralement plus de 30% de solides. Cette propriété a une importance économique dans l'industrie. Cette propriété avantageuse n'a pas été observée dans des conditions où le pH était supérieur à 3,0. En outre, quand la vitesse de filtration était au-dessus de 30 ml/40 s, on n'avait besoin que de quelques minutes pour réaliser la filtration sous vide et obtenir un gâteau de filtrage à haute teneur en solides. Quand la vitesse de filtration était comprise dans la gamme de 2 à 10 ml/40 s, le filtrage exigeait une heure ou plus et les gâteaux de filtrage avaient de faibles teneurs en solides.

Exemple 13

Ces essais ont été effectués sur de la boue activée venant du traitement secondaire d'effluents d'usine de pâte au sulfite au moyen de systèmes d'aération ou d'oxygénation intensive. Les produits de biomasse décantés ont
 5 présenté des teneurs en solides et d'autres propriétés physiques tout à fait variables, en fonction des conditions d'opération et des compositions d'effluent. La procédure d'essai de l'exemple 3 a été utilisée. Le pH de traitement a varié de 2 jusqu'au pH mesuré pour l'échantillon utilisé. Le traitement à chaud a été attentivement contrôlé pour tous les échantillons en chauffant rapidement
 10 à 90 à 92°C, cette opération étant suivie d'un filtrage immédiat. L'acide utilisé dans tous les essais était l'acide sulfurique, suffisant pour abaisser le pH à la valeur donnée.

VITESSES DE FILTRATION DE LA BIOMASSE TRAITEE

| <u>Système à oxygénation, 2,7% de solides</u> | | | <u>Système à aération, 1,7% de solides</u> | | |
|---|-----------|-------------------------|--|-----------|------------------------|
| <u>Essai n°</u> | <u>pH</u> | <u>Vitesse, ml/40 s</u> | <u>Essai n°</u> | <u>pH</u> | <u>Vitesse ml/40 s</u> |
| 1 | 2,1 | 114 | 6 | 2,1 | 230 |
| 2 | 3,1 | 78 | 7 | 3,1 | 122 |
| 3 | 4,0 | 23 | 8 | 3,9 | 88 |
| 4 | 5,0 | 16 | 9 | 7,4 | 14 |
| 5 | 7,7 | 8 | | | |

Les essais 5 et 9 ont été effectués au pH naturel de la biomasse. Il est évident que l'acidification de la biomasse à un pH inférieur à 4, suivie
 15 d'un chauffage à 90°C, augmente considérablement la vitesse de filtration.

Exemple 14

On a utilisé dans ces essais une boue activée venant de traitement secondaire d'effluents d'usine de pâte au sulfite au moyen d'un système d'oxygénation intensive. La procédure d'essai de filtrage était celle de l'exemple 3.
 20 Les échantillons 1 à 5 ont été acidifiés avec de l'acide sulfurique au pH indiqué ci-dessous, chauffés rapidement à la température indiquée et filtrés immédiatement. Les échantillons 6 à 9 ont été traités de manière similaire, excepté que la température a été maintenue pendant 30 mn avant filtrage.

Il est évident que l'acidification à un pH aussi bas que 2 ne suffit
 25 pas pour produire les vitesses de filtration rapides désirées, à moins qu'on ne prévoie aussi un chauffage à environ 80°C.

Biomasse : traitement, digestion

| Echantillon | Solides, % | pH | Température, °C | Temps, mn | Vitesse de filtration ml/40 s |
|-------------|------------|-----|-----------------|-----------|-------------------------------|
| 1 | 2,6 | 2,3 | 24 | 0 | 15 |
| 2 | 2,6 | 2,3 | 68 | 0 | 41 |
| 3 | 2,6 | 2,0 | 70 | 0 | 45 |
| 4 | 2,6 | 2,3 | 90 | 0 | 84 |
| 5 | 2,6 | 2,3 | 98 | 0 | 124 |
| 6 | 2,7 | 2,1 | 60 | 30 | 54 |
| 7 | 2,7 | 2,1 | 70 | 30 | 65 |
| 8 | 2,7 | 2,1 | 80 | 30 | 89 |
| 9 | 2,7 | 2,1 | 90 | 30 | 133 |

Exemple 15

On a utilisé de la boue activée produite par le même procédé que dans l'exemple 14. Un échantillon frais de ce matériau contenait 2,4% de solides et avait un pH de 8,4. Un volume d'un litre de ce matériau a été traité avec 1,7 ml (3,1 g) d'acide sulfurique concentré pour réduire le pH à 2,3. Cet échantillon a été chauffé rapidement à 90°C puis filtré. La vitesse de filtration, mesurée par la procédure donnée dans l'exemple 3 était de 98 ml/40 s. Le volume de filtrat total était de 890 ml. La demande chimique et biologique en oxygène (DCO, DBO) de ce filtrat était de 1400 et 533 ppm, respectivement. Le gâteau de filtrage de la biomasse traitée à l'acide contenait 23% de solides et avait un poids sec de 19,2 g. Le traitement à l'acide et à la chaleur s'est traduit par une déshydratation de près de 90% de la biomasse originale, alors qu'il n'a produit des solides solubles que dans la proportion de 2% du contenu original de solides. Pour obtenir cette valeur, la DCO du filtrat, exprimée en pourcent de la totalité des solides de l'échantillon, a été corrigée en soustrayant 3,36%, ce qui correspond à la DCO d'un filtrat de boue non traitée, calculée sur la même base que dans l'exemple 9.

Un second volume d'un litre de boue activée a été traité comme ci-dessus mais avec de l'anhydride sulfureux au lieu d'acide sulfurique. L'anhydride SO_2 a barboté dans la biomasse jusqu'à l'obtention d'un pH de 2,2, ce qui a exigé 7 g ou 29,2% des solides de la boue. Après chauffage, la vitesse de filtration était de 91 ml/40 s. Le volume total de filtrat était de 875 ml. Les analyses de DCO et de DBO pour ce filtrat ont donné 1450 et 823 ppm, respectivement. Le contenu en solides du gâteau de filtrage était de 23% et le poids sec de 19 g. Le poids de SO_2 nécessaire pour correspondre à l'action de l'acide sulfurique était de plus du double. La DBO du filtrat venant du traitement au SO_2 était aussi nettement supérieure à celle obtenue en utilisant de l'acide sulfurique.

Exemple 16

Un volume de huit litres de la boue activée de l'exemple 15 contenant 2,4% de solides a été traité avec 13 ml de H_2SO_4 concentré, en agitant vigoureusement pour obtenir un pH de 2,1. La boue acidifiée a été chauffée à 90°C pendant 30 mn et filtrée immédiatement à travers un papier Whatman n° 1 dans un appareil de filtrage sous vide à entonnoir de Buchner de grandes dimensions. Le volume total du filtrat a été de 6925 ml, contenant environ 0,5% de solides. Les DBO et DCO de ce filtrat étaient de 650 et 1710 ppm, respectivement. Le filtrat a été concentré par évaporation sous vide jusqu'à 8% de solides pour faciliter l'analyse chimique. Le gâteau de filtrage humide a été dilué avec de l'eau pour former un coulis qui a été séché par pulvérisation en utilisant une température d'entrée d'air de 232°C. Les solides séchés étaient de couleur marron clair. Le filtrat concentré et le gâteau de filtrage sec ont été analysés chimiquement comme cela est résumé dans les tableaux I et II.

Tableau I

Analyse de la boue conditionnée et du filtrat

| Analyse : en pourcentage, calculé sur une base sèche, excepté pour le contenu en solides. | Filtrat | Gâteau de filtrage de boue séché par pulvérisation |
|---|---------|--|
| Solides séchés au four | 7,98 | 93,5 |
| Sodium | - | 0,29 |
| Potassium | 2,0 | 0,05 |
| Cendre | 41,6 * | 5,2 |
| Soufre | 17,8 * | 1,3 |
| Azote | 4,43 | 8,07 |
| Phosphore | 0,4 | 1,03 |
| Sucres au total après hydrolyse | | |
| Galactose | | |
| Glucose | 1,4 | 0,4 |
| Mannose | 5,8 | 10,6 |
| Arabinose | 1,3 | 0,7 |
| Xylose | 0,1 | 0,1 |
| Sucres monomères | 0,3 | 0,3 |
| | 0,0 | 0,0 |
| Total hydrates de carbone | 8,9 | 12,1 |

*Essentiellement de l'acide sulfurique

Tableau II

Analyse en protéine et acides aminés de la boue conditionnée
et du filtrat et du ferment Torula

| Analyse, en pourcentage calculé sur une base sèche | Filtrat | Gâteau de filtrage de boue séché par pulvérisation | Ferment Torula |
|---|---------|--|-------------------|
| Azote | 4,43 | 8,07 | 6,58 |
| Protéine brute (% de N x 6,25) | 27,7 | 50,4 | 41,1 |
| Acides aminés : | | | |
| Alanine | 0,23 | 3,47 | 2,09 |
| Arginine | 0,12 | 2,84 | 2,72 |
| Acide aspartique | 0,39 | 4,01 | 3,23 |
| Cystine/2 | N.D. | N.D. | N.D. |
| Acide glutamique | 0,67 | 4,64 | 4,05 |
| Glycine | 0,38 | 2,12 | 1,42 |
| Histidine | 0,04 | 0,79 | 0,81 |
| Isoleucine | 0,06 | 1,89 | 1,74 |
| Leucine | 0,09 | 3,67 | 2,48 |
| Lysine | 0,55 | 2,82 | 2,73 |
| Méthionine | 0,09 | 0,91 | 0,46 |
| Phénylalanine | 0,29 | 2,27 | 1,77 |
| Proline | 0,10 | 1,67 | 1,17 |
| Sérine | 0,10 | 1,72 | 1,64 |
| Threonine | 0,11 | 2,21 | 1,94 |
| Tryptophan | N.D. | N.D. | N.D. |
| Tyrosine | N.D. | 1,68 | 1,60 |
| Valine | 0,09 | 2,96 | 2,12 |
| Total | 3,31 | 39,67 | 31,97 |

N.D. Non déterminé

A partir des données de l'analyse chimique rassemblées, il est évident que les solides solubles dans le filtrat sont composés d'une quantité importante d'acide sulfurique (17,8% S = 54,5% H_2SO_4), une quantité moindre de polymères d'hydrates de carbone (8,9%) et une petite quantité de protéines (3,31% d'acides aminés). L'analyse qualitative a aussi indiqué la présence de sucres aminés ou leurs polymères (chitine) qui correspondraient au contenu important en azote. La valeur brute en protéine de 27,7% pour les solides dissous dans le filtrat, obtenue en multipliant %N x 6,25 est évidemment approximative dans ce cas, puisque la somme des acides aminés facilement analysables (tableau II) est tout à fait faible.

La boue conditionnée sèche était riche en protéines et relativement meilleure de ce point de vue que du ferment *Torula* en croissance sur les sucres présents dans la lessive au sulfite usée. La boue séchée était composée d'une quantité importante de protéines (40 + %) et d'une quantité plus faible de polymères d'hydrates de carbone (12,1%). L'analyse qualitative sur les hydrolysats indiquait aussi la présence de sucres aminés. L'analyse ci-dessus indique que la boue conditionnée est utilisable comme aliment pour les animaux. Les conditions du procédé se traduisent aussi par un produit stérile en ce qui concerne l'activité biologique. Bien entendu, les exemples décrits ne sont nullement limitatifs de l'invention.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour la séparation et l'enlèvement des solides à partir d'une boue activée secondaire à faible teneur en solides, ladite boue contenant des cellules biologiques remplies d'eau, caractérisé en ce qu'on acidifie la boue avec un acide minéral fort pour réduire le pH à moins de 4, on chauffe la
5 boue acidifiée à la pression atmosphérique à une température dans la gamme de 70 à 100°C pendant le temps nécessaire à la rupture par hydrolyse des cellules biologiques et à la libération de la masse d'eau qu'elles contiennent, l'eau contenant seulement de faibles proportions de solides organiques solubilisés à partir de ladite boue, et on sépare la boue déshydratée de l'eau.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la boue est acidifiée à un pH de 2 à 3.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la boue acidifiée est chauffée à une température de 80 à 95°C.
4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la boue
15 acidifiée est chauffée à une température de 90 à 95°C.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la boue est acidifiée avec un acide minéral fort, choisi parmi les acides sulfurique, chlorhydrique, nitrique et phosphorique.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'acide est
20 de l'acide sulfurique.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que moins de 6% du contenu en solides organiques de la boue d'origine est solubilisé.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé
25 en ce que la boue déshydratée est séparée de l'eau par filtrage.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la boue déshydratée est séparée par différence de pesanteur entre la boue déshydratée et l'eau.
10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la sépara-
30 tion se produit alors que la boue est encore acidifiée et chauffée.
11. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la boue activée est produite par le traitement secondaire d'effluents d'usine au sulfite.

THIS PAGE BLANK (USPTO)